

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-099279

(43)Date of publication of application : 31.03.1992

(51)Int.Cl.

C23C 16/44  
C23C 16/52  
H01L 21/31  
// H01L 21/205

(21)Application number : 02-209831

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 08.08.1990

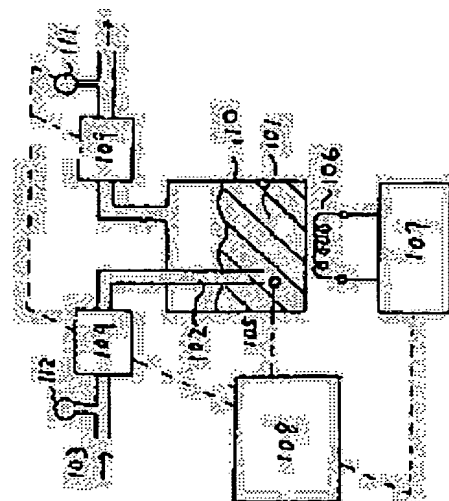
(72)Inventor : YAMAMOTO HIROSHI

## (54) METHOD FOR GASIFYING AND SUPPLYING LIQUID MATERIAL AND DEVICE FOR SUPPLYING THIS MATERIAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To form a stable CVD film by heating liquid, controlling the flow rate of a carrier gas, detecting the pressure and supply rate thereof, calculating a heat quantity from a required supply rate, controlling the quantity of the heat to be applied to the liquid and controlling a gaseous mixture.

**CONSTITUTION:** A material which is liquid at ordinary temp., for example, TEOS 101, is gasified and is supplied together with a carrier gas 103. The liquid 101 in a vessel 110 is, thereupon heated by a heating element 106. The flow rate of the carrier gas 103 is controlled by a flow rate controller 104. The pressure and supply rate of the gas are detected by pressure sensor 111, 112 and flow rate sensors 104, 109. The heat quantity is calculated from the required supply rate by a microcomputer 108. The quantity of the heat to be applied to the liquid 101 is controlled by a temp. controller 107. The gaseous mixture is controlled by a controller 109. He or N<sub>2</sub> is used for the carrier gas. The gaseous mixture having a high pressure is supplied in this way.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-99279

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)3月31日

C 23 C 16/44

16/52

H 01 L 21/31

// H 01 L 21/205

B

8722-4K

8722-4K

6940-4M

7739-4M

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑮ 発明の名称 液体材料の気体化供給方法と供給装置

⑯ 特 願 平2-209831

⑰ 出 願 平2(1990)8月8日

⑱ 発 明 者 山 本 宏

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

⑲ 出 願 人 セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 鈴木 喜三郎

外1名

明 細 書

1. 発明の名称

液体材料の気体化供給方法と供給装置

2. 特許請求の範囲

(1) 常温で液体状態の物質を気体化し、キャリアガスと共に供給する装置において、

a) 液体を加熱する発熱体と、

b) キャリアガスの流量制御器と、

c) 圧力、供給量を検知する手段と、

d) 必要供給量から熱量を計算する手段と、

e) 液体に与える熱量を制御する手段と、

f) 混合気体を制御する手段とからなることを特徴とする液体材料の気体化供給方法と供給装置。

(2) 請求項1記載の液体がTEOS[Si(O C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>]で、キャリアガスがHeであることを特徴とする液体材料の気体化供給方法と供給装置。

(3) 請求項1記載の液体がTEOS[Si(O C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>]で、キャリアガスがN<sub>2</sub>であることを特徴とする液体材料の気体化供給方法と供給装置。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、液体材料の気体化供給方法と供給装置に関するものである。

[従来の技術]

従来の液体材料の気体化供給装置は、例えば第3図に示すように、温度コントローラー307によって一定温度に保たれたTEOS301の中にパイプ302を通し、マスフローコントローラー304によって流量制御したHe等のガス303をキャリアとしてバブリングによってTEOSをガス化して供給していた。

[発明が解決しようとする課題]

しかしながら、従来技術では、キャリアガスの1次側にしか流量制御の手段をもたないために、

液面高さの変動あるいは2次側の圧力等によって、キャリアガス中に含まれる液体材料の含有量が一定とならない欠点をもっていた。これによって、半導体製造工程のCVD膜形成工程において、成長レートや均一性、屈折率等の膜質の安定性が悪く、しばしば問題となっていた。また、液面の振動によって1次側の流量が変動し、ガス流量が安定しなかった。

しかるに本発明は、かかる課題を解決するものであり、その目的とするところは、2次側の圧力、液面の高さ等によらずに一定量の液体材料を含んだ気体を安定に供給することにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明による液体材料の気体化供給装置は、

- (1) a) 液体を加熱する発熱体と、
- b) キャリアガスの流量制御器と、
- c) 圧力、供給量を検知する手段と、
- d) 必要供給量から熱量を計量する手段と、
- e) 液体に与える熱量を制御する手段と、

求める。

$$Q = A \cdot (P_2 - P_1) \cdot F$$

ここで、Aは定数である。

1次側の流量制御器104を通じてHe等のキャリアガスを流し、バブリングするとともに、ヒーターによってある出力パターンに沿った熱量を加え、TEOSを蒸発させながら混合ガスを作り、2次側の流量制御器109によって、全体の流量を制御している。このとき、液体の温度、P1とP2の圧力差、及びキャリアガス流量によって、ガス中に含まれる液体材料の含有量を広い範囲で制御可能である。また、2次側の圧力を通常よりも高くすることが可能である。

ヒーターの加熱出力パターン、及びキャリアガスの出力パターンはマイクロコンピュータによって記憶された最適パターンに必要流量、圧力等から補正されて制御される。また、液体の容積は、ヒーターの瞬間に加えられる熱量によって決まるが、応答性を良くするには小さい方が望ましい。また、液面の高さの変動による影響は、この

f) 混合気体を制御する手段とからなる。

(2) 請求項1記載の液体がTEOS [Si (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>] で、キャリアガスがHeである。

(3) 請求項1記載の液体がTEOS [Si (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>] で、キャリアガスがN<sub>2</sub>である。

ことを特徴とする。

また、本発明による液体材料の気体化供給方法は、請求項1記載、請求項2記載または、請求項3記載の製造装置を用いていることを特徴とする。

〔実施例〕

以下本発明の実施例における製造方法を第1図に基づいて詳細に説明する。TEOS (101) の入った容器110、液体温度の検出器105、ヒーター106、温度制御器107、マイクロコンピュータ108、キャリアガスの流量センサーおよび制御器104、109、圧力センサー111および112から構成されている。

まず、流量が設定された時点の、1次側及び2次側の圧力P1、P2と量流Fから必要な熱量Qを

方法によって有る程度緩和されるが、あまり大きな変動に対しては、対応できないため、液面の高さを一定にする手段を用いている。

この装置、及び方法によって混合ガス中のTEOSの含有量が一定となり、半導体プロセス等の供給源として充分に対応可能となった。

ここでは、液体材料としてTEOS、キャリアガスとしてHeを例に述べてきたが、TMP [P (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]、TMB [P (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]、TMS [Si (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>] などについても同様に適用できる。また、キャリアガスについても、Heに限らずN<sub>2</sub>等の不活性ガスでも同様に適用可能である。

〔発明の効果〕

以上本発明によれば、キャリアガス中の液体材料の含有量を一定にすることが可能となり、この装置を用いることで安定したCVD膜の形成ができる。また、圧力、流量の値を常にモニターし、フィードバック制御することで信頼性の高い装置を供する事ができる。さらに、通常のバブリング

方式では不可能な高い圧力の混合ガスの提供が可能となる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明による液体材料の供給装置の概略図である。第2図は、本発明による供給装置のブロック図である。第3図は、従来の液体材料の供給装置の概略を示す図である。

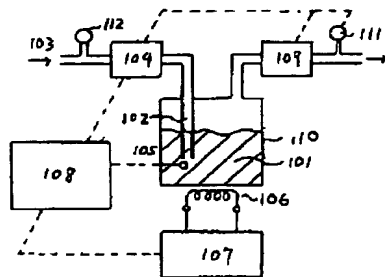
110、310・・・容器  
111・・・圧力センサー1  
112・・・圧力センサー2

以 上

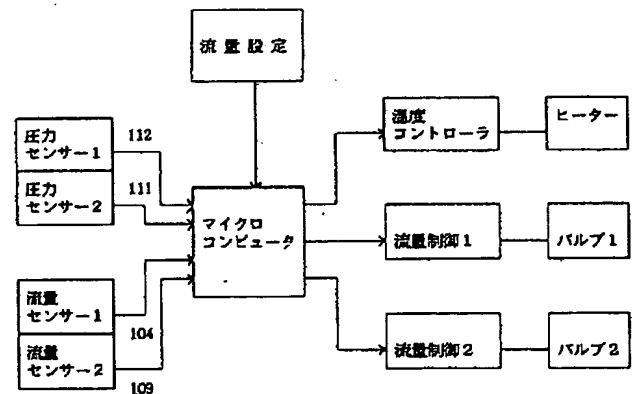
出願人 セイコーエプソン株式会社

代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (他1名)

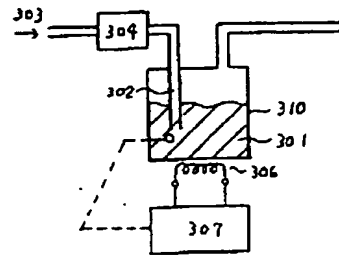
101、301・・・TEOS  
102、302・・・パイプ  
103、303・・・キャリアガス  
104、304・・・キャリアガスの流量  
センサー及び制御器  
105、305・・・液体温度の検知器  
106、306・・・ヒーター  
107、307・・・温度制御器  
108・・・マイクロコンピューター  
109・・・混合ガスの流量センサー  
及び制御器



第1図



第2図



第 3 圖